

HPLC法测定升血调元汤中柚皮苷的含量

广州潘高寿药业股份有限公司(广州 511400) 王四元* 朱爱梅 曾慧萍

升血调元汤是国家中药保护品种,由骨碎补、鸡血藤、首乌、党参、北芪等 8 味中药制成,具有益气养血、补肾健脾的功效。其中骨碎补是方中君药,柚皮苷是其主要有效成分。鉴于目前其质量标准中未有定量测定项目,为了更好地控制产品质量,我们选择了柚皮苷作为指标成分,应用 HPLC 法进行含量测定,以控制升血调元汤的内在质量。结果表明方法简单、准确、快速。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,7530G 分光光度计(上海分析仪器厂),柚皮苷对照品购自中国药品生物检定所,升血调元汤均为本公司生产,甲醇、醋酸均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:CLC-ODS(150 mm×6.0 mm),流动相:甲醇-醋酸-水(35:5:65),检测波长:284 nm,流速:0.5 mL/min,柱温:35℃,进样量:20 μL。

3 方法与结果

3.1 线性的考察:精密称取柚皮苷 10 mg 置 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取 0.3、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。精密吸取该稀释液 20 μL 注入液相色谱仪中,以峰面积 Y 为纵坐标,柚皮苷量 X 为横坐标进行线性回归得回归方程为: $Y = 4525.9X + 10547.0$, $r = 0.9998$,结果表明:柚皮苷在 0.06~0.2 μg 范围内与其峰面积呈良好的线性关系。

3.2 精密度试验:精密吸取浓度为 6 μg/mL 的柚皮苷对照品稀释液,重复进样 6 次,测定峰面积值计

算得到 $RSD = 1.2\%$ 。

3.3 样品测定:精密吸取样品溶液 2 mL,置于 50 mL 容量瓶中加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密吸取滤液 1 mL 置于 10 mL 容量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。精密吸取供试品溶液和对照品(浓度为 6 μg/mL)溶液各 20 μL 进样,照上述色谱条件测定,用外标一点法计算,结果见表 1。

表 1 升血调元汤中柚皮苷含量测定结果($n = 5$)

批号	961201 A	970501 A	H0401 A	I0101 A	I0102 F
柚皮苷含量 mg/mL	1.01	1.10	1.26	1.46	1.40

3.4 加样回收率试验:精密吸取 1 mL 已知含量的样品溶液各 5 份,分别加入 1.2 mg/mL 的柚皮苷对照品溶液 1 mL,依样品测定项下操作,结果回收率为 100.83%, $RSD = 1.5\%$ 。

4 讨论与结果

4.1 波长的选择:1995 版中华人民共和国药典一部测定骨碎补中柚皮苷的含量,检测波长为 283 nm,我们应用 7530G 紫外分光光度计在 200~440 nm 波长范围内对柚皮苷对照品溶液进行光谱扫描,结果表明,在 284 nm 波长处有最大吸收,故选择 284 nm 为检测波长。

4.2 样品的处理:我们采取对样品直接稀释过滤的方法,减少了样品在处理过程中的损失,方法简便、快速。柚皮苷与其它成分有较好的分离度,测定结果可靠,可作为该产品检验的一个定量方法。

(1999-09-17 收稿)

* 王四元 1986年毕业于中国药科大学,工程师、执业药师,主要从事质量标准的起草和修订工作,有多篇文章发表。

《中草药》杂志被确定为中国医学类核心期刊并被编入

《中文核心期刊要目总览》2000年版(第三版)

最近接到《中文核心期刊要目总览》2000年版(第三版)编委会通知:依据文献计量法的原理和方法,经过研究人员对相关文献的检索、计算和分析,并请学科专家鉴定,《中草药》杂志被确定为中国医学类的核心期刊,并被编入《中文核心期刊要目总览》2000年版(第三版)。

(聂荣海)